## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2001-297898

(43) Date of publication of application: 26.10.2001

(51)Int.Cl.

H05H 1/24

B01J 19/08 C23F 4/00

(21)Application number: 2000-114458

(71)Applicant : KEYENCE CORP

(22)Date of filing:

14.04.2000

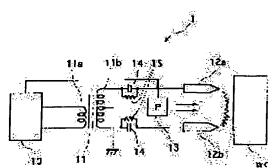
(72)Inventor: FUJITA TSUKASA

## (54) PLASMA SURFACE-TREATMENT DEVICE

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a plasma surface—treatment device with which even if someone may touch an electrode during a stop of an arc discharge, there is no possibility of receiving an electric shock.

SOLUTION: The plasma surface—treatment device 1 comprises a pair of electrodes 12a and 12b which generates arc discharge, a high—frequency transformer 11 for applying a high voltage of a high frequency between the pair of electrodes, a drive circuit 10 which drives a primary side coil 11a of the high—frequency transformer 11, a capacitor 14 for discharge current stabilization inserted between a secondary side coil 11b of the high—frequency transformer 11 and electrodes 12a and 12b, and a resistance 15 for a discharge connected in parallel with a capacitor 14.



### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(II)特許出願公閱番号 特開2001-29789 (P2001-29789A)

(43)公開日 平成13年2月6日(2001.2.6)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>		識別記号	FΙ		<del>-</del> -	7]-ド(参考)
B01J	27/188		B01J 2	27/188	M	
	27/19		2	27/19	M	
	35/10	301	3	35/10	301J	
C 0 7 B	61/00	3 0 0	C07B 6	61/00	300	
C07C	5/27		C 0 7 C	5/27		
		審查請求	R 未請求 請求項	頃の数13	OL (全 6 頁)	最終頁に続く
(21)出願番号		特順2000-190990(P2000-190990)	(71)出願人	(71)出願人 591007826		
				アンスラ	ティテュ フランセ	デュ ベトロ
(22)出顧日		平成12年6月26日(2000.6.26)		ール		
				INST	TITUT FRAN	ICAIS D
(31)優先権主張番号		9908206		U PI	ETROL	
(32)優先日		平成11年6月25日(1999.6.25)		フランス	ス国92500リュエイユ	マルメゾン、
(33)優先権主	張国	フランス (FR)		アプニ	ュ・ド・ポワプレオ、	114
			(72)発明者	クリスタ	チーヌ トラヴェーバ	
				フランス	ス国 リイル マルメ	ソン リュ
				デ クリ	ドゥロー 25-2	
			(74)代理人	1000608	74	
				弁理士	岸本 瑛之助 (外	3名)
						最終質に続く

(54) 【発明の名称】 パラフィンの転換方法において使用可能なヘテロポリアニオンを含む新規触媒

## (57)【要約】

【課題】 最低温で活性な触媒を見出す。

【解決手段】酸化ジルコニウム、シリカ、シリカ・アルミナおよびアルミナから選ばれる、大きな比表面積および大きな細孔容積を創出する担体上に担持される、12 - 焼タングステン酸または12 - モリブデンタングステン酸のヘテロポリアニオンを含む触媒である。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 酸化ジルコニウム(ZrO2)、シリ カ、シリカ・アルミナおよびアルミナから選ばれる、大 きな比表面積および大きな細孔容積を創出する担体上に 担持される、12-燐タングステン酸または12-モリ ブデンタングステン酸のヘテロポリアニオンを含む触

【請求項2】 担体が、酸化ジルコニウムであることを 特徴とする、請求項1記載の触媒。

および細孔容積0.2~0.9 c m³/g を創出するこ とを特徴とする、請求項1または2記載の触媒。

【請求項4】 担体が、比表面積80~500m<sup>2</sup>/g および細孔容積0.3~0.9cm3/gを創出するこ とを特徴とする、請求項1~3のうちのいずれか1項記 載の触媒。

【請求項5】 ヘテロポリアニオン含有量が、触媒全体 に対して10~55重量%であることを特徴とする、請 求項1~4のうちのいずれか1項記載の触媒。

を含むことを特徴とする、請求項1~5のうちのいずれ か1項記載の触媒。

【請求項7】 第VIII族の金属が、白金、パラジウム、 ロジウム、ニッケルおよびルテニウムから選ばれかつ含 有量0.05~10重量%で触媒中に存在することを特 徴とする、請求項6記載の触媒。

【請求項8】 担体上に12-燐タングステン酸または 12-モリブデンタングステン酸のヘテロポリアニオン を担持することを特徴とする、請求項1~5のうちのい ずれか1項記載の触媒の調製方法。

【請求項9】 担体上に12-燐タングステン酸または 12-モリブデンタングステン酸のヘテロポリアニオン および第VIII族金属の前駆体を担持することを特徴とす る、請求項6または7記載の触媒の調製方法。

【請求項10】 1分子当たり炭素原子数4~8を有す るパラフィンを大きな割合で含むパラフィン留分の異性 化における請求項6または7記載の、あるいは請求項9 記載の方法により調製される触媒の使用法。

【請求項11】 パラフィン留分が、C。留分、C。~ C。留分、C。~C、留分およびC。留分から選ばれ る、請求項10記載の使用法。

【請求項12】 1分子当たり炭素原子数2~6を含む 少なくとも1つのオレフィンによる少なくとも1つのイ ソバラフィンの脂肪族アルキル化における請求項1~5 のうちのいずれか1項記載の、あるいは請求項8記載の 方法により調製される触媒の使用法。

【請求項13】 イソパラフィンが、イソブタンおよび イソペンタンから選ばれる、請求項12記載の使用法。 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、12-鱗タングス テン酸または 1 2 - モリプデンタングステン酸のヘテロ ポリアニオンを含みかついくつかのものにおいては、少

なくとも1つの第VIII族金属を含む、大きな比表面積お よび大きな細孔容積を創出する、例えば酸化ジルコニウ ム(Z r O₂)、シリカ、シリカ・アルミナまたはアル ミナのような担体上に担持される新規触媒に関する。

【0002】とれらの触媒は、1分子当たり例えば炭素 原子数4~8を有するn-パラフィンを大きな割合で含 【請求項3】 担体が、比表面積50~500 $m^2$  /g 10 むパラフィン留分の異性化において、また1 分子当たり 例えば炭素原子数2~6(C₂~C。)を含む少なくと も1つのオレフィンによるイソバラフィン (例えばイソ ブタンおよび/またはイソベンタン) の脂肪族アルキル 化において特に使用される。

[0003]

【従来の技術】さらに本発明は、これらの触媒の調製法 にも関する。

【0004】(95以上の)高オクタン価の維持の永続 的な要請と併せて、ガソリンからの鉛の除去および芳香 【請求項6】 さらに第VIII族の少なくとも1つの金属 20 族化合物の含有量の短期間での低下により、高オクタン 価を有するガソリンの取得を可能にする改善された触媒 および改善された方法が探求されるに至った。それらに おいては、n-パラフィンを大きな割合で含むパラフィ ン留分の異性化方法およびイソパラフィンの脂肪族アル キル化方法がある。これら2つの方法は、反応中間体と してカルボカチオン(carbocation)を作用させて、酸機 構により実行される。該方法では、高酸度を創出する触 媒の使用が必要とされる。

> 【0005】n-パラフィンを大きな割合で含むパラフ 30 ィン留分の異性化において、とれら酸固体は、できるだ け低温で充分な活性を導かねばならない。その結果、熱 力学的平衡により、低温での多分枝状異性体の生成が促 進される。

[0006]一般に工業的に使用される触媒は:

- Pt/ゼオライト触媒、より詳しくはPt/モルデナ イト触媒、
- ・ハロゲン化された、より詳しくは極度に塩素化された Pt/アルミナをベースとする触媒、および
- ・硫化されたジルコニアをベースとする触媒である。
- 【0007】脂肪族アルキル化において、実施の大きな 問題および環境に対する毒性にもかかわらず、工業的に 使用されるのはHFおよびH2SO4の液体酸であ

【0008】最近において、ヘテロポリアニオンを含む 触媒は、これら2つの反応について研究されている。-般にヘテロポリアニオンは、アルミニウムにより交換さ れかつZr (OH) 。またはSiO₂のような種々の担 体上に担持される12-燐タングステン酸(US-A-5482733) あるいは12-タングステンケイ酸

50 (EP-A-0623386およびUS-A-5391

532) の塩形態であるか、あるいはさらにはMCM-41 (US-A-5366945) のようなメゾ細孔間 体上に担持される12-燐タングステン酸自体の形態で ある。

【0009】例えば炭素原子数4~8を含むn-パラフ ィンを大きな割合で含むパラフィン留分の異性化反応に おいて、種々の異性体間の熱力学的平衡は、温度と共に かなり変化する。高オクタン価を有する炭化水素である 分枝状炭化水素の生成は、温度が低いほどいっそう促進 は、最低温で活性な触媒を見出すことにある。

【0010】オレフィンによるイソパラフィンの脂肪族 アルキル化反応に関しては、できるだけ単純な条件下に 従来の液体酸の使用により課せられる温度よりも高い運 転温度で作用することを可能にする固体触媒を用いるこ とが可能であることが重要であった。従って、冷却に関 連する問題は回避されていた。

【0011】故に、n-パラフィンを大きな割合で含む パラフィン留分の異性化反応、およびオレフィンによる イソパラフィンの脂肪族アルキル化反応においてと同じ 20 ように、パラフィンの転換反応においても新規改善触媒 を提供することが、本発明の目的のうちの1つである。 [0012]

【発明の構成】本発明による触媒は、大きな比表面積お よび大きな細孔容積を創出する担体である、酸化ジルコ ニウム、シリカ、シリカ・アルミナまたはアルミナ、好 ましくは酸化ジルコニウムのような担体上に担持され る、12-燐タングステン酸あるいは12-モリブデン タングステン酸、好ましくは12-燐タングステン酸に り一般には定義される。

【0013】さらに、これらの触媒のうちのいくつかの ものは、第VIII族の少なくとも1つの金属を含む。後者 は、特に例えば炭素原子数4~8を有するパラフィンの 大半を含むパラフィン留分の異性化に捧げられる。第VI Ⅱ族の金属を含まない他の触媒は、より詳しくは1分子 当たり例えば炭素原子数2~6 (C2 ~C。)を含む少 なくとも1つのオレフィンを用いるイソパラフィン (例 えばイソブタンおよび/またはイソベンタン)の脂肪族 アルキル化に適している。

【0014】本発明の触媒の担体は、一般に比表面積5 0~500m²/g、好ましくは80~500m²/ g、ほとんどの場合80~450m²/gと、細孔容積 0.2~0.9cm³/g、好ましくは0.3~0.9 cm³/g、ほとんどの場合0.3~0.8cm³/g とを創出する。該担体は、有利には球状物または押出し 物形態に成形される。ヘテロポリアニオンの含有量は、 触媒の全体に対して10~55重量%、好ましくは25 ~50重量%である。

ィン留分の異性化に特に捧げられる本発明による触媒 は、ヘテロポリアニオンおよび担体以外に、例えば白 金、パラジウム、ロジウム、ニッケルおよびルテニウム から選ばれる第VIII族の少なくとも1つの金属を、0. 05~10重量%、好ましくは0.1~5重量%、より 好ましくは0.2~1重量%の含有量で含む。

【0016】本発明の触媒の調製において、導入すべき ヘテロポリアニオンは、対応するヘテロポリ酸またはこ れらの酸の塩の水溶液に由来するものである。これらへ される。従って、これらパラフィン留分の異性化の課題 10 テロポリアニオンは、当業者に公知のあらゆる含浸技術 により、特に細孔容積内での乾式含浸により担体上に担 持される。含浸前に、担体は有利には、例えば温度20 0~800℃、好ましくは350~600℃で焼成され

> 【0017】n-パラフィンを大きな割合で含むパラフ ィン留分の異性化において使用すべき触媒の場合には、 当業者に公知のあらゆる方法により、例えば含浸により 第VIII族の少なくとも1つの金属が担体上に担持され る。

【0018】ヘテロポリアニオンおよび第VIII族の金属 は、ヘテロポリアニオン前駆体(ヘテロポリ酸またはそ れらの塩の1つ)と、第VIII族金属の前駆体との混合溶 液により、担体上に共含浸されてよい。共含浸の終了時 に、触媒は、温度100~150℃で6~12時間乾燥 炉で乾燥され、ついで空気下、温度150~400℃、 好ましくは180~350℃で0.5~4時間、好まし くは1~3時間焼成される。

【0019】さらにヘテロポリアニオンおよび第VIII族 の金属は、連続的に含浸されてよい。この場合、ヘテロ 由来する少なくともヘテロポリアニオンを含むことによ 30 ポリアニオンは、好ましくは先ず初めに含浸される。こ の場合、上述の乾燥工程および焼成工程は、一般にヘテ ロボリアニオンの含浸後に、ついで第VIII族の金属の含 浸後に行われる。

> 【0020】前述の第VIII族の金属として、白金および パラジウムが好ましい。水に充分に可溶性であるこれら 金属のあらゆる塩が前駆体として使用されてよい。 らに第VIII族の金属として、白金が、予め還元されたP t/Al2O。触媒またはPt/SiO。触媒との機械 混合により触媒中に導入されてよい。

40 【0021】第VIII族の金属を含まない、脂肪族アルキ ル化において使用すべき触媒の場合には、上述されたよ うに、例えば含浸によりヘテロポリアニオンの担持が行 われ、ついで即座に乾燥工程および焼成工程が行われ る。

【0022】いずれの場合においても、焼成の終了時 に、一般に水素下での処理が、温度120~600℃、 好ましくは150~500℃で0.5~4時間、好まし くは1~3時間行われる。

【0023】本発明による触媒を用いる異性化方法にお 【0015】n-パラフィンを大きな割合で含むパラフ 50 いて、一般に炭素原子数4~8のパラフィンを少なくと

も80重量%、好ましくは少なくとも90重量%含む仕 込原料が処理される。より詳しくはC。、C。~C。、 C。~C,、またはC。留分を意味するものである。 【0024】仕込原料および水素は、異性化条件下に第 VIII族の少なくとも1つの金属を含む本発明による触媒 と接触される。この接触は、固定床、流動床またはバッ チ式 (すなわち断続的に) で触媒を使用して行われてよ い。異性化反応は、一般に温度100~350℃、好ま しくは150~300℃、常圧(0.1MPa)から7 MPa、好ましくは0.5MPa~5MPaに至るH2 の分圧で行われる。空間速度は、毎時触媒 1 リットル当 たり液体炭化水素のリットル数で0.1~20、好まし くは1~10であってよい。H2/仕込原料モル比は、\*

\*広範囲において変化するものである。 すなわち該モル比 は、通常0.8/1~20/1、好ましくは0.1/1 ~10/1である。異性化は平衡反応であり、異性体 は、未転換パラフィン(nーパラフィンまたは一分枝状 パラフィン)をも含む。これらのパラフィンは、例えば モレキュラーシーブ上での蒸留または分別により異性体 から分離され、ついで異性化装置に再循環されてよい。 【0025】触媒の成績は、n-ヘキサンの転換率 (C)、異性化の選択率(Si)、二分枝状異性体の選 択率(Sa)およびクラッキングの選択率(Sa)によ り定義される。 [0026]

転換率 (C%) =

(入口n-ヘキサン重量 - 出口n-ヘキサン重量) × 100

入口n-ヘキサン重量

異性化選択率  $(S_1\%) = \frac{\text{合計 (i C}_{4} \text{ の重量)} \times 100$ 

反応生成物の重量合計

二分枝状物選択率(Sa%)=

<u>(二分枝状異性体の重量合計)× 100</u>

(反応生成物の重量合計)

クラッキング選択率 (S。%) = <u>合計 (C</u><sub>1</sub>~C<sub>5</sub>の重量) × 100

反応生成物の重量合計

第VIII族の金属を含まない本発明による触媒は、例えば 炭素原子数2~6を有する少なくとも1つのオレフィン によるイソパラフィン (例えばイソブタンおよび/また はイソペンタン)のアルキル化反応を優れた条件下に行 うことを可能にする方法において使用されてもよい。特 に、前記反応は、強い発熱性(オレフィンがブテンの場 合、およびイソパラフィンがイソブタンの場合には、変 30 換ブテンの約83.6kJ/モル) により特徴付けられ る。本発明による触媒を使用することにより、反応体に おける温度および濃度の充分な均一性を得ることが可能 になる。

【0027】本発明の触媒を用いるイソバラフィンのア ルキル化方法において、操作条件、より詳しくは温度お よび圧力は、一般にイソバラフィン、オレフィン類、お よび反応生成物からなる混合物が、液体であるように選 択される。さらに触媒が、前記液体中に浸漬されて、液 体・固体の充分な接触を確保するようにすることが重要 40 である。

【0028】本発明の触媒は、有利には、1分子当たり 炭素原子数2~6を含む少なくとも1つのオレフィンと 共に、液相で、イソパラフィンおよび/またはイソパラ フィン類の混合物との混合物状で、イソパラフィン(イ ソブタンおよび/またはイソペンタン)のアルキル化反 応帯域において使用される。本発明による触媒は、膨張 床 (expanded bed) で、ほとんど完全に撹拌された反応 帯域において、あるいは流通床で使用されてよい。好ま しくは該触媒は、連続液相が使用される方法において使 50 濁により構成される全体は、反応帯域の入口に再び導入

用される。触媒は、後述される好ましい2つの実施の形 態による懸濁形態で使用されてよい。

【0029】本発明の触媒の好ましい実施の第1形態で は、ほとんど完全な混合、すなわち少なくとも1つの撹 拌手段、例えば少なくとも1つのスクリューを使用し て、完全なまたはそれに類似する混合を行う反応帯域 (撹拌槽またはグリニャール槽)であって、炭化水素液 相における懸濁状で触媒の充分な撹拌を得るようにす る。この炭化水素液相には、一般にイソバラフィン(イ ソブタンおよび/またはイソペンタン)、少なくとも1 つのオレフィン、場合によっては少なくとも1つの不活 性希釈剤 (例えばプロパンおよびn-ブタン)、並びに アルキル化反応の生成物が含まれる。イソブタンおよび /またはイソペンタン、並びに少なくとも1つのオレフ ィンからなる、転換すべき仕込原料は、例えば反応帯域 に存在する炭化水素液相の内部における少なくとも1つ の箇所に液体形態で導入されてよい。

【0030】炭化水素相における懸濁状での本発明によ る触媒の好ましい実施の第2形態は、並流での移動床、 すなわち流通床である。この実施の形態において、炭化 水素液相における懸濁状触媒は、一般にイソパラフィン (イソブタンおよび/またはイソペンタン)、少なくと も1つのオレフィン、場合によっては少なくとも1つの 不活性希釈剤(例えばブロバンまたはn-ブタン)、並 びにアルキル化反応の生成物を含んでおり、反応帯域を 下から上に流通する。次いで炭化水素相中での触媒の懸

される前に、少なくとも1つの熱交換器および少なくと も1つのポンプを通って流通する。イソブタンおよび/ またはイソペンタン、並びに少なくとも1つのオレフィ ンからなる転換すべき仕込原料は、液体形態か、あるい はガス形態で反応帯域の少なくとも1つの箇所に導入さ れる。

7

【0031】先に記載された実施の形態の2つの型にお いて、転換されなかったか、あるいは反応の化学量論に 対する過剰分を導入されたイソバラフィン(イソブタン および/またはイソペンタン)は、一般にアルキレート 10 非常に大きい。 からの分離後に反応帯域への直接導入によるか、あるい は転換すべき仕込原料との混合により再循環される。

【0032】イソパラフィン・オレフィン混合物は、一 般に毎時触媒の重量1単位当たり導入されるオレフィン の重量で表示される毎時空間速度 0.001~10h ~'、好ましくは0.002~2h~'で反応帯域に導 入される。前記混合もまた反応帯域の内部で行われても よい。いずれの場合にも、こうして構成された混合物 は、反応帯域において、触媒上で液体に留まるような圧 力および温度条件下にある。

【0033】反応温度は、一般に0から300℃、好ま しくは20~200℃である。反応帯域の圧力は、一般 に前記帯域において炭化水素を液体状態に維持するため に充分なものである。

【0034】副次的反応を制限するために、一般にオレ フィンに対するイソパラフィンの過剰物が使用される。 例として、ブテンによるイソブタンのアルキル化の場合 には、イソブタンは、仕込原料中に純粋で導入されてよ いし、あるいは例えば少なくとも40%のイソブタンを 含むブタン混合物の形態で導入されてもよい。さらに、 純粋ブテンまたはさらには異性体ブテンの混合物が導入 されてよい。いずれの場合においても、仕込原料中のイ ソブタン/ブテンモル比は、一般に1/1~100/ 1、好ましくは3/1~50/1、多くの好ましい場合 5/1~15/1である。

【0035】触媒の種類および反応条件(特に温度) が、適切に選ばれる場合、本発明による触媒により、少 なくとも1つのオレフィンによる少なくとも1つのイソ パラフィンのアルキル化物質の製造が可能になる。該ア ルキル化物質は、気化燃料および自動車用ガソリン成分 40 【表 1】 として有益であり、かつ例えば1分子当たり炭素原子数\*

\*8を有するパラフィンを少なくとも60モル%と、不飽 和化合物1モル%未満とを含む。1分子当たり炭素原子 数8を含むパラフィンは、トリメチルペンタン70~9 8モル%を含む。

【0036】本発明による触媒の別の利点は、低温で1 分子当たり炭素原子数2~6を有するオレフィンの混合 物を伴うイソブタンのアルキル化を行う可能性があると とである。このオレフィンの混合物においては、1分子 当たり炭素原子数4以上を有するオレフィンの割合が、

[0037]

【発明の実施の形態】次の実施例は、本発明を明示する が、その範囲を限定するものではない。

【0038】[実施例1: 触媒A(本発明に合致す る)] 12-燐タングステン酸(H<sub>3</sub>PW<sub>1</sub>2O<sub>40</sub>) 49.85gを、水30cm゚中に溶解させた。この溶 液を、酸化ジルコニウム担体49.85gの細孔容積内 に含浸させた。次いで、こうして得られた固体を、乾燥 炉で120℃で12時間乾燥させ、ついで空気下に20 20 0℃で2時間焼成した。次に、白金0.3重量%を、先 に調製された固体と、予備還元されたPt/Al2O3 触媒との不活性雰囲気下での機械混合により添加した。 【0039】[実施例2: 触媒B(本発明に合致す る)] 12-燐タングステン酸(H<sub>3</sub>PW<sub>1</sub>2O<sub>40</sub>) 49.85gを、白金3.15重量%を含むH2PtC 1。溶液9.5gに添加した。次いで溶液の容積を、3 Ocm<sup>3</sup> に調整した。次いでとの溶液を、酸化ジルコニ ウム担体49.85gの細孔容積内に含浸させた。 【0040】こうして得られた触媒を、乾燥炉で120 30 ℃で12時間乾燥させ、ついで空気下に200℃で2時 間焼成し、その後にH₂下に220℃で4時間処理し

【0041】[実施例3: n-ヘキサンの異性化テス ト]実施例1および実施例2において調製した触媒Aお よび触媒Bを、200℃、H2/HC(モル)=10、 VVH=2h<sup>-1</sup> および圧力0.4MPa下でのn-ヘキサンの異性化においてテストした。これら触媒の各 々の成績を、次の表1 に記載した。

[0042]

tc.

	触媒A	触媒B
n C 6転換率 (%)	71.1	68.3
全異性化選択率 (%)	94.7	98.85
二分枝状具性体選択率 (%)	21.9	28.3
クラッキング選択率 (%)	5. 3	1. 15

【0043】ヘテロポリ酸と白金との共含浸により調製 した触媒Bは、等転換率で異性化における著しく改善さ れた選択率を有した。この異性化選択率は、非常に大幅 **に軽減されたクラッキングを伴った。** 

【0044】 [実施例4: 連続的脂肪族アルキル化テ スト〕脂肪族アルキル化において使用した触媒は、白金 を含んでいない点で、実施例1に記載した触媒と異なっ 50 た。調製を空気下での焼成工程後に終了した。

【0045】この触媒36gを、500mlの完全撹拌 されたグリニャール型反応器に導入した。との反応器 は、機械撹拌と、仕込原料の注入を可能にする入口と、 **生成された物質を回収するための出口とを備えている。** 【0046】次いで反応器を、液体イソブタンで満たし

【0047】次に、反応器を、温度90℃で加熱した。 機械撹拌は、1分当たり600回転の速度で作動した。 ついで2-ブテン10%と、イソブテン90%とを含む モル)を、毎時仕込原料30gの流量で、すなわち毎時 触媒1グラム当たり2-ブテン0.083gのpphで 反応器に連続的に注入した。

【0048】反応器内の圧力は、反応媒質が、反応温度 で液体であるようにした。

【0049】仕込原料の注入の95時間後に、得られた アルキレート (C<sub>5</sub> <sup>†</sup> ) は、後に示される表2にまとめ られる組成を有していた。

\* 【0050】オレフィンの転換率は、99.8%を越え た。この場合、触媒の数量は、触媒1グラム当たり生成 されるC。† アルキレート約15.7 グラムであった。 これは、アルキル化の収率が、オレフィンに対して20 0重量%に近いものであることを考慮して決定された。 従って、C。<sup>+</sup> アルキレートを構成する物質は、大部分 において出発オレフィンの炭素原子数の2倍の炭素原子 数を有する化合物であった。

【0051】 [実施例5] この実施例は、主として反応 仕込原料(iC4/2-ブテンのモル比=8.7モル/ 10 温度およびpphにおいて実施例4と異なった。実際、 反応温度は、105℃であった。pphは、毎時触媒1 グラム当たり1-ブテン1.2gであった。この場合、 使用されたオレフィンは、1 - プテンに加えて2 - ブテ ンであった。

> 【0052】仕込原料の注入の72時間後に得られたア ルキレートの組成を、次の表2にまとめた。

[0053]

【表2】

	実施例4	実施例5	
(C <sub>5</sub> -C <sub>7</sub> ) /C <sub>5+</sub>	6.8	8. 3	
C. (%)	88. 9	80.4	
C, (%)	4. 3	11.3	
TMP*/C.	89.1	83.8	

TMP\* = トリメチルペンタン類

#### [0054]

### フロントページの続き

(51) Int.Cl.'

C07C

識別記号

6/04 9/16

(72)発明者 マリリーヌ ドゥラージュ

フランス国 リイル マルメゾン リュ ピエール ブロソレット 62

FΙ

C07C 6/04

9/16

(72)発明者 エリック ベナジ

フランス国 シャトゥー リュ ル ヴァ

テーマコード (参考)

ル サブローン 44

(72)発明者 ジャン フランソワ ジョリ

フランス国 リヨン リュ シュルリー

52